

24.08.99

Eur päisches
PatentamtEuropean
Patent OfficeOffice eur péen
des brevets

4

IB 99/1467

09/763929

REC'D 26 AUG 1999

WIPO

PCT

Bescheinigung

Certificate

Attestation

Die angehefteten Unterla-
gen stimmen mit der
ursprünglich eingereichten
Fassung der auf dem näch-
sten Blatt bezeichneten
europäischen Patentanmel-
dung überein.

The attached documents
are exact copies of the
European patent application
described on the following
page, as originally filed.

Les documents fixés à
cette attestation sont
conformes à la version
initialement déposée de
la demande de brevet
européen spécifiée à la
page suivante.

Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°

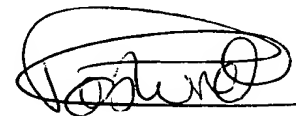
99810474.9

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Der Präsident des Europäischen Patentamts:
Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets
p.o.



C. PASTUREL

DEN HAAG, DEN
THE HAGUE,
LA HAYE, LE

09/08/99

THIS PAGE BLANK (USPTO)



**Eur päisches
Patentamt**

**European
Patent Office**

**Office européen
des brevets**

**Blatt 2 der Bescheinigung
Sheet 2 of the certificate
Page 2 de l'attestation**

Anmeldung Nr.:
Application no.:
Demande n°:

99810474.9

Anmeldetag:
Date of filing:
Date de dépôt:

01/06/99

Anmelder:
Applicant(s):
Demandeur(s):
Clariant International Ltd.
4132 Muttenz 1
SWITZERLAND

Bezeichnung der Erfindung:
Title of the invention:
Titre de l'invention:

Wässriges Präparat eines UV-aktiven Mittels und seine Verwendung

In Anspruch genommene Priorität(en) / Priority(ies) claimed / Priorité(s) revendiquée(s)

Staat:
State:
Pays:

Tag:
Date:
Date:

Aktenzeichen:
File no.
Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation:
International Patent classification:
Classification internationale des brevets:

/

Am Anmeldetag benannte Vertragsstaaten:
Contracting states designated at date of filing: AT/BE/CH/CY/DE/DK/ES/FI/FR/GB/GR/IE/IT/LI/LU/MC/NL/PT/SE
Etats contractants désignés lors du dépôt:

Bemerkungen:
Remarks:
Remarques:

THIS PAGE BLANK (USPTO)

WÄSSRIGES PRÄPARAT EINES UV-AKTIVEN MITTELS UND SEINE VERWENDUNG.

Für Textilmaterial, das in einer Umgebung verwendet wird, in welcher ultraviolettes Licht (UV-Licht) auf das Textilmaterial einwirkt, insbesondere UV-Licht das durch Glasscheiben filtriert wird, wie für die Innenausstattung von Autos (Teppiche, Gurte, Innenverkleidung und Sitzbezüge), Schaufenstern oder verglasten Veranden (Spannteppiche), ist es von Vorteil das Textilmaterial mit einem UV-Licht-absorbierenden Mittel (UV-Absorber) auszurüsten, um die Fasern, insbesondere synthetische und halb-synthetische Fasern, und z.T. auch die Färbungen vor der schädigenden Wirkung der UV-Strahlen zu schützen. Nach einer für Textilmaterial, das in einer Umgebung mit filtriertem UV-Licht verwendet wird, bevorzugten Verfahrensweise werden die UV-Absorber zusammen mit den jeweiligen Farbstoffen auf das Substrat, insbesondere auf die Stoffe oder auf die Garne, appliziert. Technisch bevorzugte Methoden sind z.B. diskontinuierliche Methoden, ganz besonders solche, bei denen die Behandlungsflotten einer starken dynamischen Beanspruchung unterworfen werden, z.B. für Stückware (besonders in Strang- oder Schlauchform) das Färben in Düsenfärbeapparaten oder für Garne das Färben in Form von Kreuzspulen, oder kontinuierliche Methoden, nach welchen z.B. die imprägnierten Stoffe einer raschen thermischen Fixierung unterworfen werden, besonders z.B. nach den Thermosolverfahren. Bei diesen Färbeverfahren ist es auch erwünscht, die UV-Absorber gleichzeitig zu applizieren. Beim Färben unter starker dynamischer Beanspruchung der Flotten, insbesondere z.B. beim Färben von Kreuzspulen mit Dispersionsfarbstoffen in Gegenwart von UV-Absorbern besteht allerdings ein Problem darin, daß in Gegenwart von UV-Absorbern, die mit Tensiden formuliert sind, die Flotten, unter Einwirkung der hohen Scherkräfte die in der Kreuzspule vorkommen, sich derart verändern können, daß die Färbungen der Kreuzspulen unregelmäßig werden, und zwar insbesondere durch Abfiltrieren des Farbstoffes, so daß das Garn bei der Weiterverarbeitung, z.B. zu Gewirken oder Geweben, ein unegales Warenbild ergibt, oder/und, wenn die Dispersionen unter der Einwirkung der hohen Scherkräfte sich in ihrem Fließverhalten verändern, kann der Flottendurchfluß durch die Kreuzspulen nach und nach zu einem störenden Druckaufbau führen, was – insbesondere je nach Garnqualität und Spulenwicklung – zu entsprechend stärkeren Veränderungen der Scherkräfte in der

-2-

Spule führt und gegebenenfalls bis zum Stillstand des Flottendurchflusses führen kann. Analoge Probleme können beim Färben von Stückware in Düsenfärbeapparaten auftreten, wenn mit Dispersionsfarbstoffen in Gegenwart von UV-Absorbern gefärbt wird. Bei Imprägnierverfahren mit Thermofixierung, insbesondere bei Thermosolverfahren, kann bei einer sehr raschen Thermofixierung in Gegenwart von Dispersionsfarbstoff und UV-Absorber auch eine störende Zweiseitigkeit auftreten, wenn die Hitzeeinwirkung auf das Substrat nicht sehr gleichmäßig ist.

Analoges kann bei der Verwendung von dispergierten optischen Aufhellern, auch in Gegenwart von Nuancierfarbstoffen, vorkommen.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß durch Verwendung der unten definierten (B)-haltigen Formulierungen, welche eine besondere Kombination polymerer Hilfsmittel enthalten, die oben geschilderten Probleme gelöst bzw. gemieden werden können, sodaß es dadurch möglich wird, die jeweiligen Dispersionsfarbstoff und UV-Absorber enthaltenden Flotten bzw. Dispersionsaufheller enthaltenden Flotten auch unter starker dynamischer Beanspruchung (z.B. im Jet oder durch Kreuzspulen) zu applizieren, ohne daß in den Kreuzspulen ein störender Druckaufbau oder Farbstoff- oder Aufhellerabfiltrierungen befürchtet werden müssen, oder im Jet störende Farbstoff- bzw. Aufhellr-abtrennungen befürchtet werden müssen oder bei kontinuierlichen Imprägnierverfahren, bei einer unregelmäßigen Hitzeeinwirkung für die Thermofixierung, ein dadurch verursachtes unregelmäßiges Warenbild befürchtet werden muß.

Die Erfindung betrifft die definierten Präparate, deren Herstellung und deren Verwendung.

Ein erster Gegenstand der Erfindung sind also wäßrige Dispersionen (U) enthaltend:

- (A) ein UV-Licht absorbierendes Textilbehandlungsmittel,
 - und (B) ein Dispergiermittelsystem, welches
 - (B_x) einen nicht-ionogenen, polymeren, hydrophilen Dispergator oder ein Gemisch solcher Dispergatoren,
 - und (B_y) ein nicht-ionogenes oder anionisches, vinylpolymeres, hydrophiles Verdickungsmittel oder ein Gemisch solcher Verdickungsmittel,
- enthält.

Die UV-absorbierenden Textilbehandlungsmittel (A) sind UV-aktive Mittel, d.h. ihre tragende Eigenschaft ist das Absorbieren von UV-Licht, sei es, um es mindestens teilweise in sichtbare Wellenlängen

-3-

umzuwandeln, wie bei optischen Aufhellern, sei es, um es mindestens teilweise in sonstige Energieformen oder andere Wellenlängen umzuwandeln, wie bei typischen UV-Absorbern. So sind die UV-aktiven Mittel (A) insbesondere

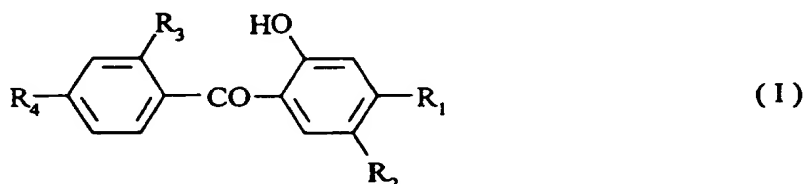
(A₁) UV-Absorber

oder (A₂) optische Aufheller.

Die UV-absorbierenden Textilbehandlungsmittel (A) sind insbesondere solche die in Wasser auf an sich bekannte Weise dispergierbar sind, d.h. daß mit Hilfe von Dispergatoren wäßrige Dispersionen von (A) herstellbar sind, welche dann der jeweiligen Zweckbestimmung entsprechend eingesetzt werden können.

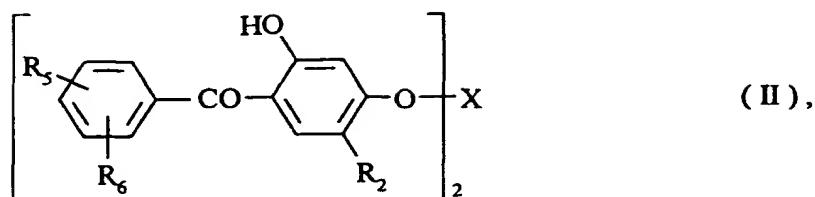
Als UV-Absorber (A₁) kommen im allgemeinen bekannte Substanzen in Betracht, wie sie üblicherweise zur UV-absorbierenden Ausrüstung von synthetischen und halbsynthetischen Textilfasern aus wäßriger Dispersion verwendet werden, vornehmlich solche der Benzophenon-, Triazin- oder Benzotriazol-Reihe, insbesondere Phenole die in ortho-Stellung zur Hydroxygruppe einen Substituenten der Triazin-, Benzoyl- oder Benzotriazolreihe tragen und die weitere Substituenten tragen können, insbesondere nicht-chromophore und nicht wasserlöslich-machende Substituenten.

Als UV-Absorber der Benzophenon-Reihe kommen im allgemeinen 2-Hydroxybenzophenone in Betracht, worin die beiden Benzolringe gegebenenfalls mit an sich in UV-Absorbern üblichen, insbesondere nicht-chromophoren und nicht wasserlöslich-machenden, Substituenten substituiert sein können, z.B. mit Hydroxy, Alkyl, Alkoxy, Aryl, Aryloxy, Aralkoxy oder Halogen, wobei Aryl (in Aryl, Aryloxy und Aralkoxy) für Naphthyl oder vorzugsweise Phenyl steht, die Alkyl- und Alkoxy-Reste beispielsweise 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten, Phenyl in der Bedeutung von Aryl gegebenenfalls mit Alkyl, Halogen und/oder Alkoxy weitersubstituiert sein kann und Halogen vorzugsweise für Chlor steht, und die Alkoxybrücke in Aralkoxy z.B. 1 oder 2 Kohlenstoffatome enthält. Es seien beispielsweise 2-Hydroxybenzophenone der folgenden Formeln



und

-4-



genannt, worin

R₁ Wasserstoff, Hydroxy, Phenoxy, Aralkoxy oder C₁₋₁₄-Alkoxy,

R₂ Wasserstoff, Halogen oder C₁₋₄-Alkyl,

R₃ Wasserstoff oder Hydroxy,

R₄ Wasserstoff, Hydroxy, Phenoxy, Aralkoxy oder C₁₋₄-Alkoxy,

R₅ Wasserstoff oder C₁₋₄-Alkyl,

R₆ Wasserstoff oder C₁₋₄-Alkyl

und X ein Kohlenwasserstoffbrückenglied mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen oder Hydroxyalkylen bedeuten.

In den Verbindungen der Formel (I) stehen R₂, R₃ und R₄ vorzugsweise für Wasserstoff. R₁ steht vorzugsweise für Wasserstoff, Hydroxy, Phenoxy oder C₁₋₁₄-Alkoxy.

In der Formel (II) befinden sich die beiden Substituenten R₅ und R₆ vorteilhaft in den Stellungen ortho und para zur Carbonylgruppe. Vorzugsweise bedeuten sowohl R₅ als auch R₆ Wasserstoff. Wenn X für Hydroxyalkylen steht, enthält es vorteilhaft mindestens 3 Kohlenstoffatome und die Hydroxygruppe ist vorteilhaft nicht an das erste oder letzte Kohlenstoffatom der Brücke gebunden. X kann z.B. für Phenylen-1,4, Naphthylen-1,4 oder für C₂₋₄-Alkylen stehen, oder auch für 2-Hydroxypropylen-1,3.

Es seien insbesondere die folgenden genannt:

2-Hydroxy-4-methoxybenzophenon,

2,4-Dihydroxybenzophenon,

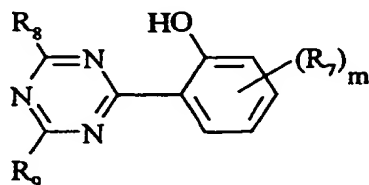
2-Hydroxy-5-chlorbenzophenon,

1,3-Bis-(3'-hydroxy-4'-benzoylphenoxy)-2-hydroxypropan.

Als UV-Absorber der Triazinreihe kommen im allgemeinen 2-(2'-Hydroxyphenyl)-s-triazine in Betracht, in welchen die Stellungen 4 und 6 mit Kohlenwasserstoffresten substituiert sind, die ihrerseits weitersubstituiert sein können, wobei die Substituenten weder chromophor noch wasserlöslich-machend sind. Die 4-ständigen und 6-ständigen Kohlenwasserstoffreste sind z.B. Aryl, Alkyl oder Aralkyl, wobei Aryl z.B. für Naphthyl oder vorzugsweise für Phenyl steht, Aralkyl vorzugsweise

-5-

Benzyl bedeutet und Alkyl z.B. 1 bis 18 Kohlenstoffatome enthalten kann. Die an Phenylringen vorkommenden Substituenten sind z.B. Hydroxy, Halogen, niedrigmolekulares Alkyl, Alkoxy oder Alkylthio und die an Alkylresten vorkommenden Substituenten sind z.B. Hydroxy, niedrigmolekulares Alkoxy, Alkylthio oder Dialkylamino. Es seien beispielsweise die 2-(2'-Hydroxyphenyl)-s-triazine der folgenden Formel



(III)

genannt, worin

- R_7 Hydroxy, Halogen, C_{1-4} -Alkyl, oder C_{1-4} -Alkoxy,
- R_8 C_{1-18} -Alkyl, das gegebenenfalls mit Hydroxy, Halogen, C_{1-4} -Alkoxy, C_{1-4} -Alkylthio oder Di-(C_{1-4} -alkyl)-amino substituiert ist, oder Phenyl, das gegebenenfalls mit Hydroxy, Halogen, C_{1-4} -Alkyl oder C_{1-4} -Alkoxy substituiert ist,
- R_9 C_{1-18} -Alkyl, das gegebenenfalls mit Hydroxy, Halogen, C_{1-4} -Alkoxy, C_{1-4} -Alkylthio oder Di-(C_{1-4} -alkyl)-amino substituiert ist, oder Phenyl, das gegebenenfalls mit Hydroxy, Halogen, C_{1-4} -Alkyl oder C_{1-4} -Alkoxy substituiert ist,

und m 0, 1 oder 2

bedeuten.

Die vorkommenden Alkylreste können linear oder, wenn sie drei oder mehr Kohlenstoffatome enthalten, auch verzweigt sein oder, wenn sie sechs oder mehr Kohlenstoffatomen enthalten, auch zyklisch sein.

R_7 steht vorzugsweise für Chlor oder C_{1-4} -Alkyl. Wenn m 2 bedeutet, können die beiden Substituenten R_7 gleiche oder verschiedene Bedeutungen haben, wobei vorzugsweise dann das zweite R_7 Methyl bedeutet.

Wenn m 1 oder 2 bedeutet, befindet sich ein Substituent R_7 vorzugsweise in para-Stellung zur 2-ständigen Hydroxygruppe.

Es seien beispielsweise genannt:

2-(2'-Hydroxyphenyl)-s-triazin worin R_8 und R_9 die gleiche Bedeutung haben und jeweils für Propyl oder t-Butyl stehen,

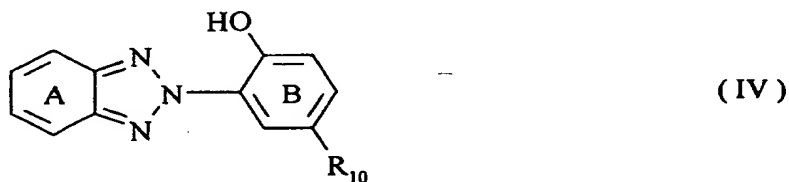
4, 6-Dimethyl-2-(2'-hydroxy-5'-chlor-, -methyl- oder -t.butyl-phenyl)-s-triazin,

4, 6-Dimethyl-2-(2'-hydroxy-4',5'- oder 3',5'-dimethylphenyl)-s-triazin,

4, 6-Diäthyl-2-(2'-hydroxy-4',5'-dimethylphenyl)-s-triazin,

4, 6-Diphenyl-2-(2'-hydroxy-4'-methoxy-, -äthoxy- oder -isopropyl-phenyl)-s-triazin.

Als UV-Absorber der Benzotriazolreihe kommen im allgemeinen 2-(2'-Hydroxyphenyl)-benzotriazole in Betracht, worin die beiden Benzolringe gegebenenfalls mit an sich in UV-Absorbern üblichen, insbesondere nicht-chromophoren und nicht wasserlöslich-machenden Substituenten substituiert sein können, z.B. mit Hydroxy, Alkyl, Alkoxy, Aryl, Aralkyl, Alkylaryl, Alkoxy-carbonyl oder Halogen, wobei Aryl für Naphthyl oder vorzugsweise Phenyl steht, die Alkylreste beispielsweise 1 bis 12 Kohlenstoffatome enthalten, die Alkoxyreste beispielsweise 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthalten, Phenyl in der Bedeutung von Aryl gegebenenfalls mit Halogen, C_{1-4} -Alkyl und/oder C_{1-4} -Alkoxy weitersubstituiert sein kann und Halogen vorzugsweise für Chlor steht. Es seien beispielsweise 2-(2'-Hydroxyphenyl)-benzotriazole der folgenden Formel



genannt, worin

R_{10} C_{1-12} -Alkyl, C_{1-5} -Alkoxy, Aryl, Aralkyl, (C_{1-12} -Alkyl)-aryl, (C_{1-5} -Alkoxy)-carbonyl oder Halogen

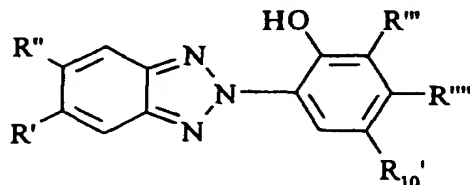
bedeutet

und die Ringe A und B jeweils gegebenenfalls mit einem oder mehreren der Substituenten Hydroxy, C_{1-5} -Alkyl, C_{1-5} -Alkoxy, C_{1-5} -Alkoxy-carbonyl oder Halogen substituiert sind, wobei der Ring B auch einen C_{1-12} -Alkylrest in ortho zur Hydroxygruppe tragen kann.

Die vorkommenden Alkylreste können linear oder, wenn sie drei oder mehr Kohlenstoffatome enthalten, auch verzweigt sein oder, wenn sie sechs oder mehr Kohlenstoffatome enthalten, auch zyklisch sein. Aralkyl steht vorzugsweise für Benzyl. Halogen steht vorzugsweise für Chlor. Im Ring B ist die Stellung 6 vorzugsweise unsubstituiert; im Benzotriazolring sind die Stellungen 4 und 7 vorzugsweise unsubstituiert.

-7-

Bevorzugte UV-Absorber der Benzotriazolreihe entsprechen der Formel



(IVa),

worin

R' Wasserstoff, C₁₋₅-Alkyl, C₁₋₅-Alkoxy, (C₁₋₅-Alkoxy)-carbonyl oder Chlor,

R'' Wasserstoff oder Chlor,

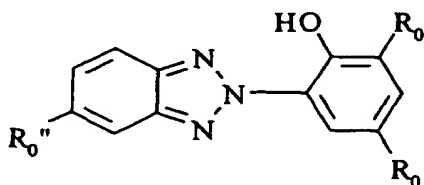
R''' Wasserstoff, C₁₋₁₂-Alkyl, Phenyl, (C₁₋₅-Alkyl)-phenyl, Benzyl oder Chlor,

R'''' Wasserstoff, Hydroxy, C₁₋₅-Alkyl, C₁₋₅-Alkoxy oder Chlor

und R₁₀' C₁₋₁₂-Alkyl, C₁₋₅-Alkoxy, Phenyl, (C₁₋₅-Alkyl)-phenyl, Benzyl, (C₁₋₅-Alkoxy)-carbonyl oder Chlor

bedeuten,

besonders der Formel



(IVb),

worin

R₀ C₁₋₅-Alkyl, C₁₋₅-Alkoxy oder Chlor, vorzugsweise C₁₋₅-Alkyl,

R₀' Wasserstoff, Chlor, C₁₋₅-Alkyl oder C₁₋₅-Alkoxy, vorzugsweise Wasserstoff oder C₁₋₅-Alkyl,

und R₀'' Wasserstoff, Chlor, C₁₋₅-Alkyl oder C₁₋₅-Alkoxy, vorzugsweise Wasserstoff, Chlor oder Methyl,

bedeuten.

Es seien beispielsweise genannt:

2-(2'-Hydroxy-5'-methylphenyl)-benzotriazol,

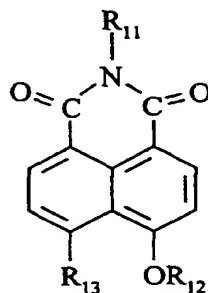
2-(2'-Hydroxy-3',5'-dimethylphenyl)-benzotriazol,

-8-

2-(2'-Hydroxy-5'-t.butylphenyl)-benzotriazol,
 2-(2'-Hydroxy-3'-t.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorbenzotriazol,
 2-(2'-Hydroxy-3',5'-di-t.butylphenyl)-benzotriazol,
 2-(2'-Hydroxy-3',5'-di-t.butylphenyl)-5-chlorbenzotriazol,
 2-(2'-Hydroxy-3',5'-di-t.amylphenyl)-benzotriazol.

Als optische Aufheller (A_2) kommen im allgemeinen bekannte Substanzen in Betracht, wie sie üblicherweise zur optischen Aufhellung von synthetischen und halbsynthetischen Textilfasern aus wäßriger Dispersion verwendet werden, insbesondere solche der Cumarin-, Naphthalimid-, Benzoxazol-, Stilben-, Bisstyrylbenzol-, Thiophen- oder Pyren-Reihe und die beliebige, bei optischen Aufhellern übliche Substituenten tragen können, insbesondere nicht-chromophore und nicht wasserlöslich-machende Substituenten.

Geeignete optische Aufheller (A_2) sind z.B. solche der folgenden Formeln (V) bis (XI)



(V),

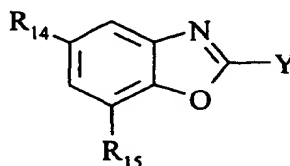
worin

R_{11} C_{1-4} -Alkyl,

R_{12} C_{1-4} -Alkyl

und R_{13} Wasserstoff oder C_{1-4} -Alkoxy

bedeuten,



(VI),

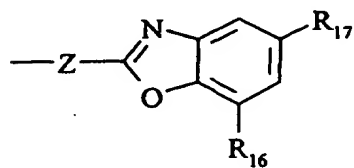
worin

R_{14} Wasserstoff, Chlor oder C_{1-4} -Alkyl,

-9-

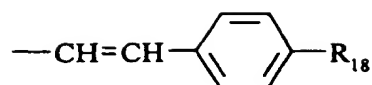
R_{15} Wasserstoff oder C_{1-4} -Alkyl,

Y einen Rest der Formel



(a)

oder

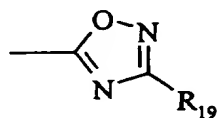


(b),

R_{16} Wasserstoff oder C_{1-4} -Alkyl,

R_{17} Wasserstoff, Chlor oder C_{1-4} -Alkyl,

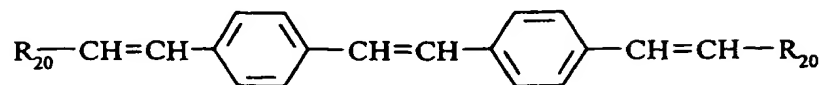
R_{18} -CN, (C_{1-4} -Alkoxy)-carbonyl, Phenyl oder einen Rest der Formel



(c),

R_{19} C_{1-4} -Alkyl

und Z -CH=CH-, Thiophylen-3,4 oder Naphthylen-1,4
bedeuten,

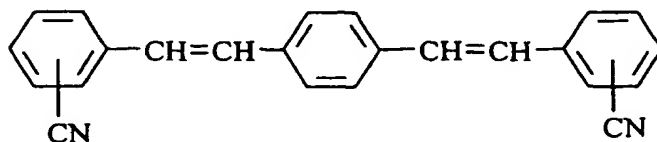


(VII),

worin

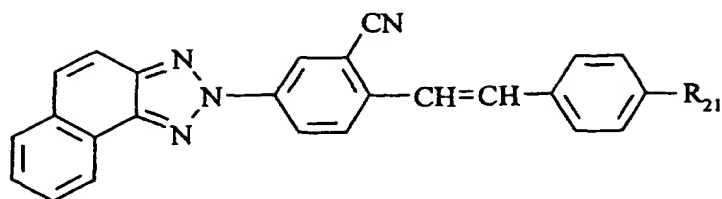
R_{20} -CN oder (C_{1-4} -Alkoxy)-carbonyl

bedeutet,



(VIII),

-10-

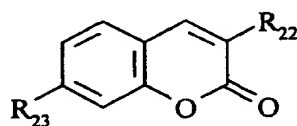


(IX),

worin

R₂₁ Wasserstoff, Chlor, -CN oder C₁₋₄-Alkyl,

bedeutet,



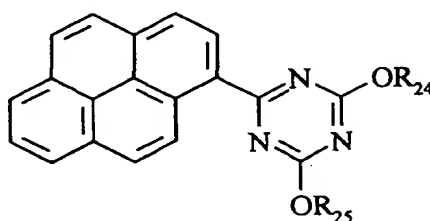
(X),

worin

R₂₂ Pyrazolyl-1, das in 3- oder 4-Stellung mit Chlor oder C₁₋₄-Alkyl substituiert ist, oder Phenylund R₂₃ Triazolyl-2 oder Pyrazolyl-1, die mit C₁₋₄-Alkyl und/oder Phenyl substituiert sind, oder Naphthotriazolyl-2

bedeuten,

und



(XI),

worin

R₂₄ C₁₋₄-Alkylund R₂₅ C₁₋₄-Alkyl

bedeuten.

Das Dispergiermittelsystem (B) dient zum Dispergieren der UV-aktiven Textilbehandlungsmittel (A) in Wasser, um Dispersionen (U) mit den oben angegebenen Eigenschaften zu erhalten. Es enthält die

polymeren Komponenten (B_X) und (B_Y) und kann gegebenenfalls weitere Tenside und/oder Hilfsmittel enthalten, insbesondere

(B_Z) mindestens ein von (B_X) verschiedenes, nicht-ionogenes oder anionisches Tensid und/oder (B_W) mindestens ein von (B_Y) verschiedenes Dispergierhilfsmittel.

Als (B_X) können im allgemeinen bekannte Produkte eingesetzt werden oder Produkte die analog zu bekannten Methoden herstellbar sind. Die nicht-ionogenen Dispergatoren (B_X) sind hydrophil. Es sind insbesondere Polymere, die ein polymeres lipophiles Grundgerüst und hydrophile Polyäthylenglykolätherketten enthalten. Vorzugsweise sind es Polykondensate von phenolischen Verbindungen mit Formaldehyd zu entsprechenden Novolaken, wobei die Polyäthylenglykolätherketten vor oder nach der Polykondensation eingeführt werden können und gewünschtenfalls durch Alkylierung teilweise oder vollständig verschlossen werden können. Als Ausgangsphenole können unsubstituiertes Phenol oder mit Niederalkyl oder -alkoxy substituiertes Phenol eingesetzt werden, wobei Alkyl vorzugsweise Methyl oder Äthyl ist und Alkoxy vorzugsweise Methoxy ist. Wenn das Phenol am Ring substituiert ist, sind die Stellungen ortho und para zur Hydroxygruppe zweckmäßig unsubstituiert; wenn das Phenol also einen solchen Substituenten trägt, befindet sich dieser vorzugsweise in meta-Stellung zur Hydroxygruppe; wenn das Phenol zwei Substituenten trägt, befinden sich diese vorzugsweise in den beiden m-Stellungen. Es seien insbesondere genannt: Phenol, m-Kresol, 3-Äthylphenol, 3-Methoxyphenol und 3,5-Dimethylphenol, worunter das unsubstituierte Phenol bevorzugt ist. Die phenolischen Verbindungen können vor oder auch nach der Kondensation mit Formaldehyd mit Äthylenoxyd oxäthylt werden. Zur Kondensation mit Formaldehyd wird vorteilhaft ein solches Molverhältnis Formaldehyd/phenolische Verbindung verwendet, daß ein vernetztes Polymeres entsteht, z.B. ein Molverhältnis Formaldehyd/phenolische Verbindung $\geq 1,2/1$, vorzugsweise im Bereich von $1,4/1$ bis $2,5/1$, besonders bevorzugt $1,6/1$ bis $2,3/1$. Das Formaldehyd kann als wäßrige Lösung oder auch als Paraformaldehyd eingesetzt werden. Die Kondensation erfolgt zweckmäßig in wäßrigem Medium, unter deutlich sauren Bedingungen (z.B. durch Zusatz einer starken Säure, vorteilhaft einer Mineralsäure, vorzugsweise von Schwefelsäure, eingestellt), z.B. im pH-Bereich von 1 bis 5, vorzugsweise 2 bis 4. Gewünschtenfalls können Gemische von oxäthylten und nicht-oxäthylten Phenolen, z.B. im Molverhältnis von 95/5 bis 5/95, insbesondere 90/10 bis 20/80, eingesetzt werden. Gegebenenfalls kann auch ein kleinerer Anteil anderer Oxirane (z.B. Propylenoxyd, Butylenoxyd oder Styroloxyd) z.B. 0,1 bis 1 Mol pro Mol Phenol, angelagert sein, vorzugsweise werden allerdings keine anderen Oxirane als Äthylenoxyd zur Anlagerung verwendet. Nach der Oxyäthylierung können die endständigen Hydroxygruppen gewünschtenfalls verschlossen werden, vorzugsweise durch Verätherung z.B. durch Alkylierung mit C_{1-4} -Alkyl, insbesondere Äthyl oder Methyl, (z.B. durch Umsetzung mit einem entsprechenden Alkylchlorid oder Dialkylsulfat). Dieser Verschluß, insbesondere die Verätherung,

-12-

kann teilweise oder vollständig durchgeführt werden, vorzugsweise zu mindestens 80 Mol-%, insbesondere mindestens 95 Mol-%, besonders bevorzugt erschöpfend. Die Oxyäthylierung (sei es vor oder nach der Formaldehydkondensation) erfolgt vorteilhaft zu solch einem Grad, daß das Produkt (B_X) einen deutlich hydrophilen Charakter aufweist, wobei der HLB vorteilhaft ≤ 16 ist; insbesondere ist der $HLB > 8$, vorzugsweise ≥ 10 , besonders bevorzugt im Bereich von 12 bis 16.

Die Verdickungsmittel (B_Y) sind hydrophile Polymere von Vinylverbindungen; sie haben anionischen oder nicht-ionogenen Charakter und können gegebenenfalls vernetzt sein. Die anionischen Polymeren (B_Y) sind vorzugsweise carboxygruppenhaltige Polymere. Als Verdickungsmittel (B_Y) kommen vornehmlich die folgenden in Betracht:

(B_{Y1}) carboxygruppenhaltige, vernetzte Copolymere,

(B_{Y2}) nicht-ionogene, von an Heteroatome gebundenem Wasserstoff im wesentlichen freie (Co)polymere

und (B_{Y3}) Polyvinylalkohole,

oder Gemische von zwei oder mehreren davon.

Die Copolymeren (B_{Y1}) sind carboxygruppenhaltig und vernetzt. Sie können auf an sich bekannte Weise, durch Copolymerisation entsprechender Monomeren, die eine äthylenische Doppelbindung enthalten, hergestellt werden, wovon mindestens ein Teil carboxygruppenhaltige Monomere sind und mindestens ein Teil ein vernetzendes Comonomeres ist. Nicht-ionogene Comonomeren können gewünschtenfalls auch miteinander polymerisiert sein. Die carboxygruppenhaltigen Monomeren sind vorteilhaft solche, die mindestens zwei Carboxygruppen und 4 bis 6 Kohlenstoffatome enthalten und vorzugsweise als Anhydrid, insbesondere als zyklisches Dicarbonsäureanhydrid, eingesetzt werden, z.B. Itaconsäure oder insbesondere Maleinsäure, bzw. ihr Anhydrid. Die für die Herstellung von (B_{Y1}) bevorzugten Monomeren bzw. Comonomeren sind insbesondere

(B_{Y11}) Maleinsäure, bzw. Maleinsäureanhydrid,

(B_{Y12}) mindestens ein monoäthylenisch ungesättigtes, nicht-ionogenes Comonomeres

und (B_{Y13}) ein vernetzendes Comonomeres,

und (B_{Y1}) ist vorzugsweise ein Copolymeres aus (B_{Y11}), (B_{Y12}) und (B_{Y13}).

Als Comonomere (B_{Y12}) eignen sich vornehmlich niedrigmolekulare Verbindungen, insbesondere Alkyl(meth)acrylate worin Alkyl vorteilhaft 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthält und vorzugsweise Methyl oder Äthyl ist, Alkylvinyläther worin Alkyl vorteilhaft 1 bis 4 Kohlenstoffatome enthält und vorzugsweise Methyl ist, Vinylester niedrigmolekularer aliphatischer Carbonsäuren, insbesondere

solcher mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen, vornehmlich Vinylacetat oder -propionat, und/oder Vinylpyrrolidon.

Als vernetzende Comonomeren (B_{Y13}) kommen besonders nicht-ionogene Verbindungen in Betracht, die mindestens zwei untereinander nicht konjugierte, äthylenische Doppelbindungen enthalten, vorteilhaft mindestens zwei entständige Doppelbindungen, z.B. N,N'-Methylen-diacrylamid, α,ω -Alkandiene mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen oder Divinyläther von α,ω -Alkandiolen mit z.B. 2 bis 12 Kohlenstoffatomen im Alkanrest oder von Polyäthylenglykolen, oder noch Divinylbenzol. Unter den genannten vernetzenden Comonomeren sind die α,ω -Alkandiene bevorzugt.

Das Molverhältnis $(B_{Y11})/(B_{Y12})/(B_{Y13})$ liegt vorteilhaft im Bereich von $1/(0,2-3)/(0,0001-0,01)$, vorzugsweise $1/(0,5-1,8)/(0,0004-0,004)$, besonders bevorzugt $1/(0,8-1,2)/(0,0004-0,001)$.

Die Copolymeren (B_{Y1}) sind bekannt oder können analog zu bekannten Methoden hergestellt werden, zweckmäßig in Gegenwart eines geeigneten Initiators der radikalischen Polymerisation [z.B. Azobisisobutyronitril, Benzoylperoxyd, Acetylbenzoylperoxyd, Di-t-Butylperoxyd, t-Butylperoxydipivalat, Azobis-(2,4-dimethyl-valeronitril), z.B. in Konzentrationen von 0,001 bis 1 %] und vorteilhaft in Gegenwart eines geeigneten aprotischen Lösungsmittels, z.B. Benzol, Toluol, Xylol, Aceton, Methyläthylketon, Methylenchlorid, Cyclohexan und/oder Äthylacetat; besonders vorteilhaft wird ein Gemisch aus Cyclohexan und Äthylacetat verwendet. Die Polymerisation erfolgt vorteilhaft bei Temperaturen im Bereich von 50 bis 100°C, vorzugsweise 60 bis 80°C. Die Herstellung des Polymeren erfolgt vorteilhaft so daß eine Vernetzung mindestens teilweise intramolekular erfolgt, insbesondere so daß die lineare Folge der Monomeren im Laufe der Polymerisation, durch das einpolymerisierte, vernetzende Monomere (B_{Y13}), Schleifen bildet. Da das carboxygruppenhaltige Monomere, insbesondere (B_{Y11}), vorteilhaft als Anhydrid, insbesondere Maleinsäureanhydrid, eingesetzt wird, enthält das daraus hergestellte Polymere (B_{Y1}') noch die Anhydridgruppen. Dieses Polymere (B_{Y1}') kann gewünschtenfalls, nach erfolgter Polymerisation und Entfernung des Lösungsmittels, zum carboxygruppenhaltigen Polymeren (B_{Y1}) in Salzform hydrolysiert werden. Nach einer bevorzugten Verfahrensweise erfolgt diese Hydrolyse in Gegenwart anionischer oder nicht-ionogener Tenside, z.B. mindestens eines Teils der Tenside (B_2).

Die Herstellung der Polymeren (B_{Y1}') und (B_{Y1}) kann beispielsweise nach dem im US Patent 5024779 beschriebenen Verfahren erfolgen; der Inhalt dieses US Patentes wird durch Bezugnahme hier einverleibt.

Verdickungsmittel (B_{Y2}) sind vornehmlich solche, die im wesentlichen linear sind und von an Heteroatome gebundenem Wasserstoff, insbesondere von Hydroxygruppen und -CO-NH-Gruppen, im wesentlichen frei sind. Als Monomere kommen insbesondere Vinylverbindungen in Betracht, die zyklische oder disubstituierte Amidgruppen enthalten oder Estergruppen enthalten. Die Verdickungsmittel (B_{Y2}) sind z.B. Polyvinylpyrrolidone (z.B. mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht im Bereich von 10000 bis 200000) oder vorzugsweise Copolymere aus

(B_{Y21}) 2-Vinylpyrrolidon

und (B_{Y22}) einem Vinylester einer C_{2-4} -alkanoischen Säure.

Als (B_{Y22}) kommen insbesondere Vinylacetat und vorzugsweise Vinylpropionat in Betracht. Das Molverhältnis (B_{Y21}): (B_{Y22}) liegt z.B. im Bereich von 10:1 bis 1:10 vorzugsweise 5:1 bis 1:3, insbesondere 4:1 bis 1:1. Das Molekulargewicht liegt vorteilhaft in einem solchen Bereich, daß das Polymere quellfähig ist, z.B. im Bereich von 5000 bis 5000000, vorteilhaft 20000 bis 2000000, vorzugsweise 100000 bis 1500000. Derartige Copolymere sind im allgemeinen bekannt, oder analog zu bekannten Methoden herstellbar.

Als (B_{Y3}) kommen im allgemeinen Polyvinylalkohole und Copolymere davon mit Vinylacetat-comonomeren bzw. Teilhydrolysate von entsprechenden Polyvinylacetaten in Betracht. Bevorzugt ist (B_{Y3}) ein Polyvinylalkohol dessen 4 %-ige wäßrige Lösung bei 20°C eine Viskosität (nach DIN 53015) z.B. im Bereich von 2,5 bis 70 cP, vorteilhaft 2,5 bis 40 cP, vorzugsweise 2,5 bis 30 cP, aufweist.

Das Gewichtsverhältnis (B_X)/(B_Y) liegt vorteilhaft im Bereich von 0,01/1 bis 10/1, vorzugsweise 0,05/1 bis 4/1, besonders 0,1/1 bis 1/1; das Gewichtsverhältnis (B_X)/(A) liegt vorteilhaft im Bereich von 1/100 bis 80/100, vorzugsweise 2/100 bis 20/100, besonders 3/100 bis 10/100; und das Gewichtsverhältnis (B_Y)/(A) liegt vorteilhaft im Bereich von 0,1/100 bis 120/100, vorzugsweise 0,2/100 bis 60/100, besonders 0,5/100 bis 40/100.

Als (B_Y) können eine oder mehrere der Komponenten (B_{Y1}), (B_{Y2}) und (B_{Y3}) eingesetzt werden, vorteilhaft zwei oder drei davon, vorzugsweise mindestens eine Komponente (B_{Y2}) und, besonders bevorzugt, mindestens eine der Komponenten (B_{Y1}) und (B_{Y3}), wobei vor allem die Kombination von (B_{Y2}) mit (B_{Y1}) bevorzugt ist. Wenn (B_{Y1}) eingesetzt wird, liegt das Gewichtsverhältnis (B_{Y1})/(A) vorteilhaft im Bereich von 0,05/100 bis 0,5/100, vorzugsweise 0,1/100 bis 1,3/100; wenn (B_{Y2}) eingesetzt wird, liegt das Gewichtsverhältnis (B_{Y2})/(A) vorteilhaft im Bereich von 1/100 bis 30/100, vorzugsweise 2/100 bis 20/100; wenn (B_{Y3}) eingesetzt wird, liegt das Gewichtsverhältnis (B_{Y3})/(A) vorteilhaft im Bereich von 2/100 bis 120/100, vorzugsweise 5/100 bis 50/100, wobei, wenn auch

mindestens eines von (B_{Y1}) und (B_{Y2}) anwesend ist, das Gewichtsverhältnis $(B_{Y3})/(A)$ vorteilhaft im Bereich von 2/100 bis 35/100 liegt.

Vorteilhaft wird, zusätzlich zu (B_X) , mindestens ein Tensid (B_Z) eingesetzt. Die Tenside (B_Z) sind solche die dazu geeignet sind, die dispergierende Wirkung von (B_X) in Gegenwart von (B_Y) und gegebenenfalls (B_W) zu unterstützen; sie sind deutlich hydrophil und umfassen auch solche Tenside, wie sie in der Technik z.B. als Netzmittel, Waschmittel oder Emulgatoren bekannt sind. Vorteilhaft werden als (B_Z)

(B_{Z1}) anionische Tenside

und/oder (B_{Z2}) nicht-ionogene, von (B_X) verschiedene Tenside eingesetzt.

Als (B_{Z1}) können an sich beliebige, anionaktive hochhydrophile Tenside eingesetzt werden, insbesondere Verbindungen mit deutlich anionischem Charakter, die mindestens einen lipophilen Rest, insbesondere mindestens einen lipophilen Kohlenwasserstoffrest, und mindestens eine deutlich anionische Gruppe (Sulfogruppe, Phosphorsäuregruppe oder Carboxygruppe) enthalten, wobei der lipophile Kohlenwasserstoffrest vorteilhaft mindestens 9 Kohlenstoffatome enthält, beispielsweise 9 bis 30 Kohlenstoffatome. Es seien beispielsweise die folgenden genannt:

Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit sulfonierten aromatischen Verbindungen (z.B. sulfoniertem Naphthalin, Mono- oder Di- $(C_{1-4}$ -alkyl)-naphthalin, Biphenyl, Diphenyläther, Ditolyläther, Phenol, C_{1-4} -Alkylphenol und/oder entsprechenden Sulfonen) und/oder mit Ligninsulfonat, gegebenenfalls im Gemisch mit Dihydroxydiphenylsulfon;

Ligninsulfonate;

C_{12-24} -Alkylsulfonate, besonders n- oder iso- C_{12-24} -Alkylsulfonate;

Sulfonierungsprodukte von Paraffinen (z.B. hergestellt durch Sulfochlorierung oder Sulfoxydation), von α -Olefinen, von Alkylbenzolen und von ungesättigten Fettsäuren;

C_{12-24} -fettsaure Salze;

Veresterungsprodukte von nicht-ionogenen Tensiden wie unten unter (B_{Z2}) beschrieben, insbesondere von Oligoäthylenglykoläthern von Fettalkoholen, Alkylphenolen oder Di- oder Tristyrylphenolen, mit Schwefelsäure, Phosphorsäure oder Aminosulfonsäure, oder Alkylierungsprodukte der genannten nicht-ionogenen Tenside mit Chloressigsäure oder Chlorpropionsäure, zur Bildung der entsprechenden Ester oder carboxymethylierten oder carboxyäthylierten Produkte.

Die anionischen Tenside liegen vorteilhaft mindestens teilweise in Form von Salzen vor, vornehmlich in Form von Alkalimetallsalzen (vorzugsweise Natrium- oder Kaliumsalzen) oder Ammoniumsalzen. Es können einfache Verbindungen oder auch Gemische von Verbindungen eingesetzt werden, insbesondere auch technische Gemische.

Als nicht-ionogene Tenside (B_{22}) können deutlich hydrophile Tenside eingesetzt werden, besonders solche die als Cotenside zu (B_{21}) wirken. Es kommen im allgemeinen bekannte Substanzen in Betracht, vornehmlich solche, die 9 bis 30, vorzugsweise 12 bis 24 Kohlenstoffatome im lipophilen Rest enthalten, und deren hydrophile Reste Äthylenglykolreste, Glycerolreste und/oder Sorbitanreste enthalten. Es seien beispielsweise genannt:

Anlagerungsprodukte von Äthylenoxyd an Fettalkohole (z.B. auch Oxoalkohole), Alkylphenole, Di- oder Tristyrylphenole oder Fettsäure-N,N-diäthanolamid oder -diisopropanolamid; Fettsäuremonoester von Polyäthylenglykolen. Gelegentlich können auch Polypropylenglykolketten als lipophile Reste im Molekül vorkommen und so können als nicht-ionogene Tenside auch Blockcopolymere eingesetzt werden, die Propylenoxy- und Äthylenoxyeinheiten enthalten, sowie gegebenenfalls Styrenoxy- und/oder Butylenoxyeinheiten (z.B. solche die unter der Bezeichnung "Pluronic" bekannt sind). Der HLB-Wert der nicht-ionogenen Tenside (B_{22}) ist vorteilhaft > 8 , vorzugsweise ≥ 10 , insbesondere im Bereich von 12 bis 18, vorzugsweise 12 bis 15, wobei solche mit einem HLB-Wert > 15 , vorzugsweise ≥ 16 , auch als Schutzkolloide eingesetzt werden können.

Die Tenside (B_Z) werden zweckmäßig so gewählt, daß sie die dispergierende Wirkung von (B_X) in Gegenwart von (B_Y) und gegebenenfalls (B_W) unterstützen und/oder ergänzen. Unter den Tensiden (B_Z) sind die anionischen bevorzugt, besonders die aliphatischen Kohlenwasserstoffsulfonate (B_{21}').

Bevorzugt wird mindestens ein anionisches Tensid (B_{21}) eingesetzt, gegebenenfalls in Gegenwart eines Co-Tensids (B_{22}). Das Gewichtsverhältnis (B_{21})/(B_{22}) liegt z.B. im Bereich von 30/70 bis 100/0. Vorzugsweise werden als (B_Z) keine nicht-ionogenen Tenside (B_{22}) oder nur kleinere Mengen davon verwendet, z.B. 0 bis 40 %, vorzugsweise 0 bis 20 % (B_{22}) bezogen auf (B_{21}). Wenn (B_{22}) als Co-Tensid zu (B_{21}) verwendet wird, beträgt das Gewichtsverhältnis (B_{22})/(B_{21}) vorteilhaft 1/100 bis 40/100, vorzugsweise 5/100 bis 20/100.

Die eingesetzte bzw. geeignete Menge (B_Z) kann weit schwanken, besonders je nach Art und Menge der anderen Komponenten (B_X), (B_Y) und gegebenenfalls zugesetzter Dispergierhilfsmittel (B_W). Z.B. kann die Menge (B_Z) 2 bis 70 Gew.-% von (B), vorzugsweise 5 bis 50 Gew.-% von (B), betragen.

Gegebenenfalls können Dispergierhilfsmittel (B_w) zusätzlich verwendet werden, um die dispergierende Wirkung von (B_x) und gegebenenfalls (B_z) in Gegenwart von (B_y) zu unterstützen und/oder das Aussehen der Dispersion zu verbessern.

Als (B_w) sind besonders erwähnenswert:

(B_{w1}) Schutzkolloide,

(B_{w2}) Netzmittel,

und/oder (B_{w3}) Lösungsvermittler

Gewünschtenfalls können von den oben genannten Polymeren verschiedene polymere Schutzkolloide (B_{w1}) verwendet werden; vorzugsweise ist (B_{w1}) mindestens ein nicht-ionogenes und/oder anionisches Schutzkolloid. Als polymere Schutzkolloide (B_{w1}) kommen an sich bekannte Substanzen in Betracht, welche – im Gegensatz zu den oben unter (B_z) genannten, hochhydrophilen, tensiden Schutzkolloiden – den Charakter von Polymeren aufweisen, die eine schützende Hülle um die dispergierten Kolloidteilchen bilden können. Durch die Zugabe eines Schutzkolloids (B_{w1}) kann gegebenenfalls auch die Lager- und Transportbeständigkeit von (U) zusätzlich beeinflusst werden. Als Schutzkolloide (B_{w1}) können beispielsweise Polysaccharide, Polysaccharidderivate, (Co)poly(meth)acrylsäuren, sowie Schutzkolloide, die auch als verdickende Substanzen einsetzbar sind, verwendet werden, beispielsweise Polyäthylenglykole z.B. mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht im Bereich von 200 bis 10000, vornehmlich 300 bis 6000, Xanthangummi, Cellulosegummi, Guargummi, Dextrine, Gummi arabicum, Carboxymethylcellulose und acrylmodifizierte Polysaccharide. Die Säuregruppen, besonders die Carbonsäuregruppen, liegen vorteilhaft mindestens z.T. in Form von Salzen vor (so daß die jeweiligen Produkte wasserlöslich sind), z.B. als Alkalimetallsalze (vornehmlich Natriumsalze). Wenn Schutzkolloide (B_{w1}) eingesetzt werden, werden sie vorteilhaft in solchen Mengen eingesetzt, daß die Viskosität der wäßrigen konzentrierten Dispersion $< 1000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ist, insbesondere bei Werten $\leq 300 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, vorzugsweise im Bereich von 50 bis 200 $\text{mPa}\cdot\text{s}$, zu liegen kommt.

Unter den Schutzkolloiden (B_{w1}) sind die nicht-ionogenen, z.B. Polyäthylenglykole, bevorzugt. Wenn ein Schutzkolloid (B_{w1}) eingesetzt wird, ist das Gewichtsverhältnis (B_{w1})/(A) beispielsweise im Bereich von 1/100 bis 200/100, vorzugsweise 2/100 bis 150/100.

Als (B_{w2}) kommen beliebige, an sich bekannte Netzmittel in Betracht, vorzugsweise mindestens ein nicht-ionogenes oder anionisches Netzmittel. Als nicht-ionogene Netzmittel kommen im allgemeinen Tenside der obengenannten Kategorien in Betracht, die allerdings einen entsprechend niedrigeren

HLB-Wert aufweisen bzw. eine entsprechend niedrigere Anzahl Äthylenoxyeinheiten angelagert enthalten. Als anionische Netzmittel können z.B. Mono- und Dialkylester der Sulfobernsteinsäure genannt werden. Die anionischen Gruppen können, analog wie oben für (B_{Z1}) beschrieben, vorteilhaft als Alkalimetallsalze oder Ammoniumsalze vorliegen.

Die Verwendung von Netzmitteln (B_{W2}) ist möglich; es können aber auch ohne solche Netzmittel sehr wirksame Dispersionen hergestellt werden. Wenn ein Netzmittel verwendet wird, ist das Gewichtsverhältnis $(B_{W2})/(A)$ z.B. $\leq 10/100$, z.B. im Bereich von $0/100$ bis $5/100$.

Gewünschtenfalls bzw. erforderlichenfalls können Lösungsvermittler (B_{W3}) eingesetzt werden, insbesondere nicht-ionogene Lösungsvermittler, wie z.B. Mono-, Di- oder Oligoäthylenglykole oder deren Mono- oder Di- $(C_{1-4}$ -alkyl)-äther oder Glycerol.

Gewünschtenfalls kann ein Lösungsvermittler (B_{W3}) eingesetzt werden. Es können aber auch ohne Lösungsvermittler sehr gute Dispersionen hergestellt werden. Wenn ein Lösungsvermittler verwendet wird, ist das Gewichtsverhältnis $(B_{W3})/(A)$ vorteilhaft $\leq 10/100$, z.B. im Bereich von $1/100$ bis $8/100$.

Das Dispergiersystem kann zwar, gewünschtenfalls, noch weitere Tenside und Dispergierhilfsmittel enthalten, vorzugsweise enthält es aber keine weiteren Komponenten außer den oben genannten (B_X) und (B_Y) und gegebenenfalls (B_Z) und/oder (B_W) . Vorzugsweise besteht (B) im wesentlichen aus den genannten (B_X) und (B_Y) und gegebenenfalls (B_Z) und/oder (B_W) .

Um (A) in Wasser zu dispergieren, wird zweckmäßig eine geeignete Menge an (B_X) und gegebenenfalls (B_Z) gewählt, die je nach Art der Komponenten und deren Konzentration variieren kann.

Das Gewichtsverhältnis der gesamten Komponenten $(B_X) + (B_Y) + (B_Z)$ zu (A) liegt vorteilhaft im Bereich von $5/100$ bis $150/100$, vorzugsweise $6/100$ bis $80/100$, besonders bevorzugt $10/100$ bis $70/100$.

Das Gewichtsverhältnis des gesamten Dispergiersystems (B) zu (A) liegt beispielsweise im Bereich von $5/100$ bis $250/100$, vorteilhaft im Bereich von $10/100$ bis $150/100$, vorzugsweise $20/100$ bis $150/100$. Wenn weder eine Komponente (B_{W1}) noch eine Komponente (B_{W3}) eingesetzt wird, liegt das Gewichtsverhältnis des gesamten Dispergiersystems (B) zu (A) beispielsweise im Bereich von $5/100$ bis $80/100$, vorteilhaft im Bereich von $10/100$ bis $60/100$, vorzugsweise $15/100$ bis $50/100$.

Die Produkte (A) und (B) können in gereinigter oder auch nicht gereinigter Form eingesetzt werden, d.h. die wäßrigen Dispersionen (U) können gegebenenfalls auch

(C) Nebenprodukte und/oder Begleitsubstanzen
aus der Herstellung von (A) und/oder (B) enthalten.

Gegebenenfalls können weitere Zusätze zur Einstellung der wäßrigen Dispersionen (U) verwendet werden, insbesondere

(D) mindestens einen Formulierungszusatz
und/oder (E) mindestens ein Mittel zur pH-Einstellung.

Die weiteren Formulierungszusätze (D) können gegebenenfalls verwendet werden, z.B. um die Eigenschaften der Dispersionen (U) bestimmten Anforderungen oder Wünschen für Transport, Lagerung und/oder Gebrauch weiter anzupassen. Solche Zusätze sind insbesondere mindestens einer der folgenden:

(D₁) ein Entschäumer
(D₂) ein Mittel zum Schutz gegen die schädigende Wirkung von Mikroorganismen
und/oder (D₃) ein Farbstoff.

Als (D₁) eignen sich beliebige Entschäumer, z.B. Paraffine oder Mineralöle in dispergierter Form, Silikonentschäumer, Kieselsäure, Äthylen-bis-stearamid und/oder Gemische von zwei oder mehreren davon. Es können insbesondere handelsübliche Präparate verwendet werden. Die Mengen Entschäumer, die in den erfindungsgemäßen Präparaten verwendet werden können, sind in den an sich üblichen Bereichen und sind im allgemeinen von der Art und Menge der Tenside abhängig. Im allgemeinen genügen sehr kleine Mengen Entschäumer, z.B. ≤ 1 Gew.-%, besonders 0,01 bis 0,4 Gew.-%, bezogen auf das gesamte wäßrige Präparat (U).

Als (D₂) kommen im allgemeinen bekannte Substanzen in Betracht, im wesentlichen pilz- oder bakterienwachstumshemmende Substanzen und/oder Mikrobizide wie sie im Handel erhältlich sind, und die verwendeten Konzentrationen können den jeweils empfohlenen entsprechen, z.B. ≤ 1 Gew.-%, besonders 0,01 bis 0,4 Gew.-%, bezogen auf die gesamte wäßrige Dispersion (U).

Wenn als (A) eine Komponente (A₂) d.h. ein optischer Aufheller, verwendet wird, kann auch eine Komponente (D₃) eingesetzt werden. (D₃) ist vorteilhaft ein Dispersionsfarbstoff, wie er im allgemeinen zum Nuancieren von Dispersionsaufhellern verwendet werden kann. Dispersionsfarbstoffe sind eine allgemein bekannte Kategorie von Farbstoffen und sind in der Technik bekannt und in der

Fachliteratur zahlreich beschrieben, zum Beispiel im Colour Index. Als (D₃) kommen beliebige Dispersionsfarbstoffe in Betracht, die eine zum Nuancieren von optisch n Aufhellern geeignete Farbe haben, insbesondere blaue, violette und rote Dispersionsfarbstoffe. Sie werden zweckmäßig in geringen Konzentrationen eingesetzt, z.B. $\leq 0,1$ Gew.-%, besonders 0,001 bis 0,02 Gew.-%, bezogen auf (A₂), wie es in allgemeinen ausreicht, um eine z.B. gelbliche, grünliche oder bräunliche Nuance des Substrates teilweise zu kompensieren oder/und um eine z.B. grünliche Eigenfarbe des optischen Aufhellers, die beim einer bestimmten Anwendungskonzentration zum Vorschein kommen kann, auszugleichen und dadurch den visuellen Eindruck der optischen Aufhellung zu verbessern.

Durch Zugabe von Komponenten (E), insbesondere geeigneter Basen (z.B. von Alkalimetallhydroxyd oder -carbonat und/oder eines Amins, wie oben zur Salzbildung beschrieben) oder/und Säuren (z.B. einer Mineralsäure, wie Salzsäure, Schwefelsäure und Phosphorsäure, oder einer niedrigmolekularen aliphatischen Carbonsäure z.B. mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen) und gegebenenfalls mit Puffersalzen, insbesondere mit Phosphorsäure-mono- und/oder -di-Natriumsalz und/oder -Kaliumsalz, kann der pH der Dispersion eingestellt werden, z.B. auf Werte im Bereich von 3,5 bis 8, vorzugsweise 4 bis 7.

Bevorzugte erfindungsgemäße, wäßrige Dispersionen (U) sind solche, die im wesentlichen aus (A), (B) und Wasser und gegebenenfalls mindestens eine der Komponenten (C), (D) und (E) bestehen.

Der (A)-Gehalt der konzentrierten wäßrigen Dispersionen (U) liegt z.B. im Bereich von 2 bis 50 Gew.-%, vorteilhaft 5 bis 45 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 40 Gew.-%. Der Wassergehalt der erfindungsgemäßen konzentrierten Dispersionen (U) liegt vorteilhaft im Bereich von 90 bis 30, vorzugsweise 70 bis 33 Gew.-%.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen (U) können wie oben beschrieben hergestellt werden, wobei unter Zuhilfenahme geeigneter Mühlen, z.B. Kugelmühlen oder Perlmühlen (Glas- oder Porzellanperlen) die Teilchengröße der dispergierten Teilchen zur gewünschten Feinheit gemahlen werden kann, wobei gewünschtenfalls ein Teil der Komponenten, besonders der wasserlöslichen oder sonst mit Wasser verdünnbaren, besonders z.B. (B_{w1}), (B_{w3}), (D₂) und/oder (D₃), auch erst nach der Mahlung beigemischt werden können. Die durchschnittliche Teilchengröße der dispergierten Teilchen in den erfindungsgemäßen Dispersionen (U) liegt vorteilhaft im Bereich von 0,05 bis 10 µm, vorzugsweise 0,2 bis 6 µm, besonders bevorzugt 0,4 bis 4 µm. Vorzugsweise werden die Dispersionen durch ein geeignetes Sieb oder einen geeigneten Filter so filtriert, daß die dispergierten Teilchen nicht größer als 20 µm sind, vorzugsweise nicht größer als 10 µm, besonders bevorzugt nicht größer als 6 µm.

Die zur Herstellung von (U) eingesetzte Menge Wasser ist an sich beliebig, zweckmäßig wird soviel Wasser verwendet, daß die Dispersion rührbar und gießbar bzw. pumpbar ist. Beim Mahlen ist vorteilhaft soviel Wasser in der Dispersion vorhanden, daß die (A)-Konzentration in (U) z.B. 2 bis 50 Gew. %, vorzugsweise 5 bis 45 Gew. % beträgt. Verdünntere Dispersionen sind z.B. Applikationsflotten und Stammdispersionen, die gegebenenfalls auch weitere applikationsbedingte Zusätze enthalten können. So kann man konzentrierte bis verdünnte Dispersionen herstellen, z.B. solche mit einem (A)-Gehalt im Bereich von 0,01 bis 50 Gew. %. In Applikationsflotten betragen die (A)-Konzentrationen z.B. 0,01 bis 20 Gew. %, vorzugsweise 0,05 bis 1 Gew. %, in Stammdispersionen z.B. 0,1 bis 20 Gew. %, vorzugsweise 0,5 bis 10 Gew. %, in konzentrierten Dispersionen z.B. 2 bis 50 Gew. %, vorzugsweise 5 bis 45 Gew. %, besonders bevorzugt 10 bis 40 Gew. %. Ein besonderer Gegenstand der Erfindung sind die konzentrierten Dispersionen (U).

Die wie hier beschrieben hergestellten wäßrigen Dispersionen (U), besonders die konzentrierten, sind überraschend stabil und fließfähig (insbesondere dünnflüssig). Die konzentrierten Dispersionen weisen insbesondere eine Viskosität auf, die $< 1000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ist; vorzugsweise weisen sie eine Viskosität auf, die im Bereich von 20 bis $300 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, vorzugsweise 50 bis $200 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ liegt, sodaß sie auch gut pumpbar sind. Sie können, so wie sie hergestellt worden sind, gehandhabt, gelagert und/oder transportiert werden und auch direkt zum Zudosieren verwendet werden. Sie zeichnen sich durch eine überraschend gute Beständigkeit bei Lagerung und Transport aus.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen (U) dienen zur entsprechenden UV-aktiven Ausrüstung von Textilmaterial, insbesondere von solchem das mit Dispersionsfarbstoffen gefärbt werden kann oder mit Dispersionsaufhellern optisch aufgestellt werden kann. Insbesondere kommt Textilmaterial aus synthetischen und halbsynthetischen Materialien in Betracht, vornehmlich aus Polyester, Polyamiden, Polyurethanen und Celluloseacetaten, sowie aus Fasergemischen die solche synthetischen oder halbsynthetischen Materialien enthalten (z.B. Polyester/Baumwolle, Polyester/Viscose, Polyester/-Baumwolle/Elastan). Das Textilmaterial kann sich in einer beliebigen Bearbeitungsform befinden, wie sie für die jeweilige Applikation geeignet ist, z.B. als lose Fasern Filamente, Garne, Garnstränge, Gewebe, Gewirke, Teppiche, Halbfertig- oder Fertigware. Besonders bevorzugt werden die erfindungsgemäßen Dispersionen (U) beim HT-Färben von Garnen eingesetzt, die auf Spulen, insbesondere in Form von Kreuzspulen, aufgewickelt sind, oder beim optischen Aufhellen nach HT (= Hochtemperatur) oder Thermosol-Verfahren.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen (U) sind mit Dispersionsfarbstoffen (F) gut verträglich und werden, wenn (A) ein UV-Absorber (A_1) ist, zweckmäßig zusammen mit einem geeigneten Disper-

sionsfarbstoff (F), zu einer wäßrigen Flotte formuliert, die sowohl den Dispersionsfarbstoff (F) als auch den UV-Absorber (A_1) enthält. Als Dispersionsfarbstoff (F) können beliebige Dispersionsfarbstoffe und Dispersionsfarbstoffgemische eingesetzt werden, wie sie sonst zum Färben von synthetischem oder halbsynthetischem Textilmaterial verwendet werden. Dispersionsfarbstoffe sind im allgemeinen bekannt und in der Fachliteratur zahlreich beschrieben, z.B. im Colour Index unter der Bezeichnung "Disperse Dyes". Dispersionsfarbstoffe werden im allgemeinen mit geeigneten Dispergatoren formuliert, damit sie in der Färbeflotte dispergiert werden können; dazu werden meistens anionische und gegebenenfalls nicht-ionische Dispergatoren verwendet, z.B. solche wie oben unter (B_2) beschrieben. So formulierte Dispersionsfarbstoffe enthalten üblicherweise 30 bis 60 Gew.-% Farbstoff und ca. 70 bis 40 Gew.-% Dispergator, gegebenenfalls neben Spuren an Nebenprodukten.

Wenn als (A) ein optischer Aufheller (A_2) eingesetzt wird, werden im allgemeinen entweder gar keine Farbstoffe eingesetzt oder solche wie oben unter (D_3) zum Nuancieren beschrieben.

Die Konzentrationen an Farbstoffen (F) in der jeweiligen Flotte können stark variieren, je nach Substrat, gewählter Färbemethode und gewünschter Farbtiefe. Die Konzentration an (U) in der Flotte richtet sich im allgemeinen nach der Art und dem Gehalt an (A) und an der gewünschten UV-aktiven Wirkung. Es werden z.B. solche Konzentrationen eingesetzt, daß die Konzentration an (A_1) bezogen auf das Substrat im Bereich von 0,1 bis 4 Gew.-%, vorzugsweise 0,2 bis 2 Gew.-% liegt. Die Konzentration an (A_2) bezogen auf das Substrat wird zweckmäßig so gewählt, daß eine gute Weißwirkung erhalten wird, und kann ebenfalls je nach Substrat, Applikationsmethode sowie Konstitution von (A_2) variieren; sie liegt z.B. im Bereich von 0,01 bis 4, vorteilhaft 0,05 bis 3, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-%. Der pH der Flotte liegt vorteilhaft im deutlich sauren bis nahezu neutralen Bereich, z.B. im pH-Bereich von 4 bis 6,5, vorzugsweise 5 bis 6.

Die Flotten können nach an sich üblichen Methoden auf das Textilmaterial appliziert werden, z.B. durch Ausziehverfahren oder Imprägnierverfahren, und bei entsprechenden geeigneten Flottenlängen und Temperaturbedingungen. Für Imprägnierverfahren können die Flotten nach üblichen Methoden, z.B. durch Klotzen, Tauchen oder Besprühen, auf das Substrat appliziert werden und das imprägnierte Substrat kann dann, gegebenenfalls nach einer Zwischentrocknung, bei erhöhter Temperatur, z.B. im Bereich von 150 bis 220°C, thermofixiert werden, wobei je nach Material eine geeignete Fixiertemperatur gewählt werden kann (für Polyester z.B. 160 bis 220°C, für andere Synthesefasern und für halbsynthetische Fasern z.B. 150 bis 180°C). Für Ausziehverfahren können kurze oder auch lange Flotten verwendet werden, z.B. Flottenverhältnisse Substrat:Flotte im Bereich von 1:2 bis 1:100, üblicherweise 1:3 bis 1:60. Für HT-Verfahren und besonders für die bevorzugte Behandlung von

Kreuzspulen sind Flottenlängen von 1:4 bis 1:40, insbesondere 1:5 bis 1:20, bevorzugt, für die Behandlung in Düsenfärbeapparaten sind Flottenlängen von 1:4 bis 1:20, insbesondere 1:4 bis 1:10, bevorzugt; die Temperaturen können auch beliebig in den jeweils geeigneten Bereichen variieren, z.B. von 95 bis 180°C, wobei HT-Bedingungen bevorzugt sind, z.B. im Bereich von 105 bis 180°C, vorzugsweise $\geq 125^{\circ}\text{C}$, z.B. im Bereich von 125 bis 135°C.

Zum Färben bzw. optischen Aufhellen der Kreuzspulen werden, nach einer bevorzugten Verfahrensweise, die Spulen in die Flotte getaucht bzw. mit der Flotte übergossen und dann wird die Flotte für die gesamte Färbedauer durch die Kreuzspule (von innen nach außen oder umgekehrt oder auch abwechselnd) gepumpt. Während die Flotte durch die Spule gepumpt wird, wird die Temperatur langsam ansteigen gelassen, z.B. bei einer Geschwindigkeit von 0,5 bis 5 °C pro Minute, vorzugsweise 1 bis 4 °C pro Minute, bis die gewünschte Färbetemperatur (HT-Bedingungen) erreicht wird, bei welcher z.B. 20 bis 60 Minuten lang gefärbt werden kann, wonach wieder langsam, z.B. bei einer Geschwindigkeit von 1 bis 10 °C pro Minute, vorzugsweise 2 bis 6 °C pro Minute, abgekühlt werden kann. Der Überdruck vor der Spule kann beispielsweise im Bereich von 0,02 bis 0,5 bar, vorzugsweise 0,05 bis 0,2 bar liegen, wobei – unter Verwendung der erfindungsgemäßen Dispersionen (U), besonders der bevorzugten – praktisch kein Druckaufbau während des ganzen Färbevorganges oder Aufhellvorganges stattfindet.

Die erfindungsgemäßen Dispersionen (U) sind sehr beständig gegen die destabilisierende Wirkung von hohen Scherkräften, wie sie in besonderen Applikationsverfahren vorkommen können, besonders z.B. in Kreuzspulen und in Düsenfärbeapparaten (dye-jets), und sind daher für derartige Verfahren besonders geeignet. Sie sind auch beständig gegen eine unregelmäßige Einwirkung hoher Temperaturen, wie sie auf dem behandelten Substrat z.B. bei der Trocknung und/oder Thermofixierung nach einem Imprägnierverfahren zum Einsatz kommen können, und sind daher auch besonders für solche Applikationsverfahren (d.h. Imprägnieren und Thermofixieren) geeignet.

In den folgenden Beispielen bedeuten die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente; die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben; "C.I." steht für "Colour Index"; die in den Applikationsbeispielen eingesetzten Dispersionsfarbstoffe und optischen Aufheller sind handelsübliche Produkte die ca. 50 % Reinfarbstoff bzw. Reinaufheller und ca. 50 % Dispergator enthalten; die sonstigen Zusätze, außer den Produkten der Beispiele 1 bis 53, sind handelsübliche Produkte.

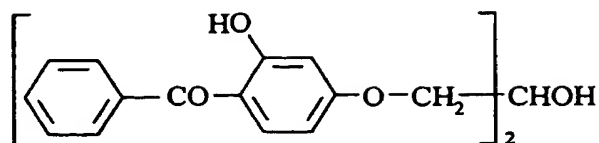
Beispiel 1

- 20 Teile C.I. Fluorescent Brightener 135,
1 Teil phenolischer Novolak-Polyäthylenglykoläther methyliert, mit HLB = 14,
1 Teil C₁₃₋₁₆-Alkansulfonat,
0,2 Teile Copolymeres aus Maleinsäureanhydrid, Methylvinyläther und 1,9-Decadien im
Molverhältnis 1:1:0,0125, hergestellt analog Beispiel 1 des US Patentes 5024779, das
als 0,5 %-ige wäßrige Suspension bei pH 7,0 eine durchschnittliche Teilchengröße
< 75 µm und eine Rotationsviskosität von 45000 bis 70000 mPa·s (Spindel Nr. 7,
20 UpM) aufweist
0,4 Teile eines handelsüblichen Entschäumers
0,2 Teile Fungicid (GivGard DXN)
und 63,1 Teile Wasser
werden in einer Perlmühle gemahlen, bis eine feine gleichmäßige Suspension
entstanden ist, und anschließend mit
0,1 Teilen C.I. Disperse Blue 73
und 10 Teilen Polyäthylenglykol mit Molekulargewicht = 600
verrührt, bis eine gleichmäßige Dispersion entstanden ist.

In der folgenden Tabelle ist die prozentuale Zusammensetzung weiterer erfindungsgemäßer wäßriger Dispersionen angeführt, welche analog wie im Beispiel 1 beschrieben herstellbar sind. Die zu jeder Komponente angegebenen Zahlen sind Prozente in der jeweiligen wäßrigen Dispersion.

Die in den folgenden Beispielen 2-53 eingesetzten Produkte sind die folgenden:

A_{1A} UV-Absorber der Formel



A_{1B} UV-Absorber: 2-(2'-Hydroxy-3'-t.butyl-5'-methylphenyl)-5-chlorbenzotriazol

A_{2A} C.I. Fluorescent Brightener 135

A_{2B} C.I. Fluorescent Brightener 179

A_{2C} C.I. Fluorescent Brightener 330

A_{2D} C.I. Fluorescent Brightener 199

B_{XA} phenolischer Novolak-Polyäthylenglykoläther methyliert, mit HLB 14

B_{Y1A} Copolymeres aus Maleinsäureanhydrid, Methylvinyläther und 1,9-Decadien im Molverhältnis 1:1:0,0125, hergestellt analog Beispiel 1 des US Patentes 5024779, das als 0,5 %-ige wäßrige Suspension bei pH 7,0 eine durchschnittliche Teilchengröße < 75 µm und eine Rotationsviskosität von 45000 bis 70000 mPa·s (Spindel Nr. 7, 20 UpM) aufweist

B_{Y2A} Copolyvinylpyrrolidon/vinylpropionat (durchschnittliches Molekulargewicht M_w = 750000)

B_{Y2B} Polyvinylpyrrolidon (durchschnittliches Molekulargewicht M_w = 30000)

B_{Y3A} Polyvinylalkohol mit 10,7 % Restacetylgehalt (Viskosität der 4 %-igen wäßrigen Lösung bei 20°C = 4 cP – nach DIN 53015)

B_{Y3B} Polyvinylalkohol mit 10,7 % Restacetylgehalt (Viskosität der 4 %-igen wäßrigen Lösung bei 20°C = 8 cP – nach DIN 53015)

B_{Z1A} C₁₃₋₁₈-Alkansulfonat (Na-Salz)

B_{Z2A} Anlagerungsprodukt von 8 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol Isoundecanol

B_{Z1B} Dialkyl-naphthalinsulfonat Formaldehyd Kondensationsprodukt (Na-Salz)

B_{W1A} Polyäthylenglykol 600

B_{W1B} Polyäthylenglykol 400

B_{W3A} Diäthylenglykol

B_{W3B} Glycerin

D_{1A} Entschäumeremulsion ("Antifoam Emulsion B")

D_{2A} Biocid ("GivGard DXN")

E_A 30 %-ige Salzsäure

E_B Phosphorsäure (85 %-ig)

* In den Beispielen 25 und 26 ist der optische Aufheller mit 0,5 % C.I. Disperse Blue 73 nuanciert

Case 1999CH012

-26-

TABELLE

Bsp. Nr.	B _{XA}	B _{Z1A}	B _{Z1B}	B _{Z2A}	B _{Z2B}	B _{Y1A}	B _{Y2A}	B _{W3A}	B _{W1A}	B _{W1B}	B _{W3B}	D _{2A}	D _{1A}	B _{Y3A}	B _{Y3B}	B _{Y2B}	E _A	E _B	A _{2A}	A _{2B}	A _{2C}	A _{2D}	A _{1A}	A _{1B}
2	4,00	1,00					2,50		10,0			0,20	0,40	4,0			0,2			20,0				
3	3,00	1,00		0,20	0,20	0,20	1,00	13,0			2,00	0,20	0,40	4,0			0,2			20,0				
4	3,00	1,00		0,20	0,20	0,20	1,00	15,0				0,20	0,40	4,0				0,2		20,0				
5	4,00	1,30		0,30	0,12			13,0				0,20	0,40		2,0			0,2		20,0				
6	3,00	2,00			0,20				10,0			0,20	0,40	6,0			0,2			20,0				
7	5,00	1,30		0,20			1,00		10,0			0,20	0,40		3,0		0,2				20,0			
8	3,00	1,00					1,50	10,0				0,20	0,40		2,0			0,2			20,0			
9	3,00	1,00		0,30	0,20	0,20	1,00	13,0			2,00	0,20	0,40	4,0			0,2				20,0			
10	5,00	1,70		0,40			1,00		15,0			0,20	0,40		5,0		0,1				20,0			
11	3,00	0,70				0,20				15,0		0,20	0,40		4,0			0,2		17,0	3,0			
12	5,00	2,00	3,3	0,40			2,50			15,0		0,20	0,40		3,0		0,2			17,0	3,0			
13	5,00	1,70		0,30			1,50	15,0				0,20	0,40	7,0			0,2			17,0	3,0			
14	5,00	1,00	1,7	0,30	0,08		1,50	15,0				0,20	0,40				0,2			17,0	3,0			
15	5,00	1,50		0,30	0,12		1,00			15,0		0,20	0,40		3,0		0,2					24,0		
16	5,00	1,00		0,20			1,00					0,20	0,40	3,0		3,0	0,2					24,0		
17	4,00	0,40	3,3	0,10			2,50	10,0				0,20	0,40	3,0			0,2					24,0		

Case 1999CH012

-27-

Bsp. Nr.	B _{XA}	B _{Z1A}	B _{Z1B}	B _{Z2A}	B _{Y1A}	B _{Y2A}	B _{W3A}	B _{W1A}	B _{W1B}	B _{W3B}	D _{2A}	D _{1A}	B _{V3A}	B _{Y3B}	B _{V2B}	E _A	E _B	A _{2A}	A _{2B}	A _{2C}	A _{2D}	A _{1A}	A _{1B}
18	3,00	1,00		0,20		2,50		10,0			0,20	0,40					0,2			24,0			
19	5,00	0,70			0,08			10,0			0,20	0,40	2,0		3,0		0,2			24,0			
20	4,00	1,00	4,0	0,20	0,08	1,50			15,0		0,20	0,40			2,0		0,2			24,0			
21	1,70	0,40	1,3	0,20	0,03	1,50			5,0		0,20	0,40			2,0	0,1				8,0			
22	1,70	0,60		0,10	0,05			10,0			0,20	0,40		5,0		0,1				8,0			
23	1,00	0,30		0,10		1,00		3,3			0,07	0,13		7,0		0,2				8,0			
24	1,30	0,40		0,10			3,3				0,20	0,40			3,0		0,1			8,0			
25*	1,00	0,30	1,3	0,05	0,03	0,60			5,0		0,20	0,40			2,0	0,1				8,0			
26*	1,70	0,30	1,3	0,05		0,60		5,0	5,0		0,20	0,40			2,0	0,1				8,0			
27	3,00	1,00		0,20		1,00		10,0			0,20	0,40				0,2					22,0		
28	3,00	1,00	1,7	0,20	0,20	1,00		10,0			0,20	0,40				0,2					22,0		
29	3,00	1,00			0,12	1,00		10,0			0,20	0,40		2,0			0,2				22,0		
30	3,00	1,00		0,30	0,12	1,00		10,0			0,20	0,40					0,2				22,0		
31	3,00	1,00		0,20		1,00		10,0			0,20	0,40	6,0			0,2					22,0		
32	3,00	1,00	4,0	0,20		1,30	15,0			2,00	0,20	0,40	2,0			0,2						20,0	
33	3,00	1,00	4,0			0,70	13,0				0,20	0,40	2,0				0,2					20,0	
34	3,00	1,00		0,20	0,08	0,50		14,0		1,00	0,20	0,40					0,2					20,0	
35	3,00	1,00	3,3	0,30		1,60		15,0			0,20	0,40				0,2						20,0	

Case 1999CH012

-28-

Bsp. Nr.	B _{xA}	B _{z1A}	B _{z1B}	B _{z2A}	B _{y1A}	B _{y2A}	B _{w3A}	B _{w1A}	B _{w1B}	B _{w3B}	D _{2A}	D _{1A}	B _{y3A}	B _{y3B}	B _{y2B}	E _A	E _B	A _{2A}	A _{2B}	A _{2C}	A _{2D}	A _{1A}	A _{1B}
36	3,00	1,00	4,0	0,20		1,30	15,0			2,00	0,20	0,40			.		0,2					20,0	
37	5,00	1,70		0,40	0,08	1,60		14,0		1,00	0,20	0,40				0,2						20,0	
38	3,00	1,00		0,20	0,20	1,30	10,0				0,20	0,40				0,2						20,0	
39	4,00	1,30		0,20	0,20			10,0			0,20	0,40				0,2						20,0	
40	6,00	0,30	1,7	0,10			15,0				0,20	0,40	3,0		2,0	0,2						20,0	
41	3,00	1,70		0,40		3,30	10,0				0,20	0,40		2,0		0,2						20,0	
42	3,00	1,30		0,30	0,12				12,0		0,20	0,40	5,0		3,0	0,2						20,0	
43	4,00	1,30		0,30		2,50	5,0	5,0			0,20	0,40					0,2					20,0	
44	5,00	1,00		0,20	0,12		15,0				0,20	0,40					0,2					20,0	
45	4,00	1,50		0,30		2,50		10,0			0,20	0,40	4,0			0,2						20,0	
46	5,00	1,00		0,20	0,15	1,00	10,0				0,20	0,40		7,0		0,2						20,0	
47	4,00	1,00			0,15	1,30	15,0				0,20	0,40	7,0				0,2					20,0	
48	3,00	1,00		0,20	0,12	0,50			15,0		0,20	0,40				0,2						20,0	
49	4,00	1,00	3,3	0,20		1,70		15,0			0,20	0,40	2,0			0,2							24,0
50	4,00	1,30		0,30	0,12	1,00	15,0				0,20	0,40		3,0	3,0	0,2							24,0
51	5,00	1,00		0,20	0,08	1,70	10,0				0,20	0,40				0,1							24,0
52	4,00	1,00			0,15				17,0		0,20	0,40			2,0		0,2						24,0
53	4,00	0,30		0,10		2,50			15,0		0,20	0,40					0,2						24,0

Applikationsbeispiel A

Unter Verwendung von einem Polyestergarn (Dtex 167f) und einem Präzisionswickler wird eine kleine Kreuzspule von 40 g und einer Dichte von $0,41 \text{ g/cm}^3$ (= Dichte der Spule so wie sie in den Färbeapparat eingesetzt wird) gewickelt. Diese Spule wird in einem Flottenzirkulationsapparat (z.B. Colorstar von Zeltex AG, Schweiz) mit untenstehenden Farbstoffen gefärbt. Das Flottenverhältnis Garn:Flotte ist 1:10, die Wasserhärte 11°dH (deutsche Härtegrade). Die eingesetzten Farbstoffe sind:

0,19 % C.I. Disperse Yellow 86

0,185 % C.I. Disperse Yellow 42

0,122 % C.I. Disperse Red 91

0,05 % C.I. Disperse Blue 56

0,44 % C.I. Disperse Blue 77

zusätzlich werden 3,5 % der Dispersion gemäß Beispiel 32 zugegeben. Der pH beträgt 5,5 (eingestellt mit Ameisensäure/Ammoniumsulfat). Die Flotte von 40°C wird auf die Spule gegossen, die Flottenzirkulationspumpe wird in Betrieb gesetzt, und die bei einem statischen Druck von 2 bar zirkulierende Flotte wird bei einer Geschwindigkeit von 3°C/min von 40°C auf 70°C erwärmt und dann bei einer Geschwindigkeit von 1°C/min von 70°C auf 130°C erwärmt. Es wird 30 Minuten lang bei 130°C weitergefärbt und dann wird bei einer Geschwindigkeit von 5°C/Minute von 130°C auf 70°C abgekühlt. Dann wird gespült, reduktiv gereinigt, wieder gespült und schließlich getrocknet. Während der gesamten Färbedauer erfolgt kein Druckaufbau zwischen der Innenseite und der Außenseite der Spule. Die erhaltene Färbung ist egal und es sind keine Farbstoffablagerungen an der gefärbten Spule oder an einem daraus hergestellten Gewirke erkennbar.

Auf analoge Weise wie die Dispersion von Beispiel 32, werden im Applikationsbeispiel A die Dispersionen eines jeden der Beispiele 33 bis 53 eingesetzt, wobei während der gesamten Färbedauer kein Druckaufbau zwischen der Innenseite und der Außenseite der Spule erfolgt und die erhaltenen Färbungen egal sind und keine Farbstoffablagerungen an den gefärbten Spulen oder an daraus hergestellten Gewirken erkennbar sind.

Applikationsbeispiel B

Ein Polyester/Baumwolle Mischgewebe wird mit einer wäßrigen Aufhellflotte enthaltend 0,8 bis 4 g/l der Dispersion gemäß Beispiel 1 und 0,2 g/l des Anlagerungsproduktes von 6 Mol Äthylenoxyd an 1

Mol Tridecylalkohol bis zu einer Flottenaufnahme von 70 % bezogen auf das Gewicht des trockenen Substrates foulardiert, dann 2 Minuten bei 130°C vorgetrocknet und 30 Sekunden bei 180°C thermosoliert. Dadurch wird der Polyesterteil des Mischgewebes einwandfrei optisch aufgehellt.

Der Baumwollteil kann dann in einer zweiten Verfahrensstufe auf an sich übliche Weise unter alkalischen Bedingungen gleichzeitig mit einem optischen Aufheller der Bistriazinylaminostilben-disulfonsäurereihe optisch aufgehellt und mit Wasserstoffperoxyd in Gegenwart eines Peroxydbleichflottenstabilisators gebleicht werden (Flottenaufnahme 70 %, Heißverweilen 90 Minuten bei 95°C, dann heiß und kalt Spülen und schließlich Trocknen).

Es wird eine einwandfreie optische Aufhellung erhalten.

Auf analoge Weise wie die Dispersion von Beispiel 1, werden im Applikationsbeispiel B die Dispersionen eines jeden der Beispiele 2 bis 31 eingesetzt, wobei einwandfreie optische Aufhellung erhalten werden.

Applikationsbeispiel C [Optisches Aufhellen von Texturiertem Polyester im Düsenfärbeapparat (Rotostream Thies)]

Polyestergewebe wird im Jet bei einem Flottenverhältnis Flotte/Substrat von 5:1 bis 10:1 mit einer wäßrigen Flotte enthaltend (bezogen auf das Substrat) 0,1-1,5 % der Dispersion gemäß Beispiel 2 und 0,5 % Kondensationsprodukt aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd 5/4 (als Na-Salz), pH 5,5 (eingestellt mit Essigsäure), bei folgendem Temperaturverlauf optisch aufgehellt: 30 Minuten aufheizen von 40 auf 130°C, 30 Minuten bei 130°C behandeln, danach heiß spülen, dann abkühlen lassen ausladen und trocknen. Man erhält sehr regelmäßige optische Aufhellungen.

Applikationsbeispiel D

Ein Polyestergewebe wird mit einer wäßrigen Aufhellflotte enthaltend 2 bis 15 g/l der Dispersion gemäß Beispiel 2 und 0,2 g/l des Anlagerungsproduktes von 6 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol Tridecylalkohol bis zu einer Flottenaufnahme von 80 % bezogen auf das Gewicht des trockenen Substrates foulardiert, dann 2 Minuten bei 130°C vorgetrocknet und 30 Sekunden bei 170°C thermosoliert. Das Polyestergewebe ist einwandfrei optisch aufgehellt.

-31-

Auf analoge Weise wie die Dispersionen vom Beispiel 2, werden in den Applikationsbeispielen C und D die Dispersionen eines jeden der Beispiele 1 oder 3 bis 31 eingesetzt, wobei einwandfrei optisch aufgehellte Polyestergewebe erhalten werden.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PATENTANSPRÜCHE**1. Wäßrige Dispersion (U) enthaltend:**

- (A) ein UV-Licht absorbierendes Textilbehandlungsmittel,
und (B) ein Dispergiermittelsystem, welches
(B_X) einen nicht-ionogenen, polymeren, hydrophilen Dipergator oder ein
Gemisch solcher Dipergatoren,
und (B_Y) ein nicht-ionogenes oder anionisches, vinylpolymeres, hydrophiles
Verdickungsmittel oder ein Gemisch solcher Verdickungsmittel,
enthält.

2. Wäßrige Dispersion (U) gemäß Anspruch 1, worin (A) ein UV-Absorber oder ein optischer Dispersionsaufheller ist.**3. Wäßrige Dispersion (U) gemäß Anspruch 1 oder 2, worin (B_X) ein polyäthylenglykoläthergruppenhaltiges Polykondensat mindestens einer phenolischen Verbindung mit Formaldehyd zu entsprechenden Novolaken ist, worin die Polyäthylenglykolätherketten gegebenenfalls durch Alkylierung teilweise oder vollständig verschlossen sind.****4. Wäßrige Dispersion (U) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, worin (B), zusätzlich zu (B_X) und (B_Y),**

- (B_Z) mindestens ein von (B_X) verschiedenes, nicht-ionogenes oder anionisches Tensid
und/oder (B_W) mindestens ein von (B_Y) verschiedenes Dispergierhilfsmittel
enthält.

5. Wäßrige Dispersion (U) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, worin (B_Y)

- (B_{Y1}) ein carboxygruppenhaltiges, vernetztes Copolymeres,
(B_{Y2}) ein nicht-ionogenes, von an Heteroatome gebundenem im wesentlichen freies
(Co)polymeres
und (B_{Y3}) ein Polyvinylalkohol,
oder ein Gemisch von zwei oder mehreren davon ist.

6. Wäßrige Dispersion (U) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, zusätzlich enthaltend

- (D) mindestens einen Formulierungszusatz
und/oder (E) mindestens ein Mittel zur pH-Einstellung.

7. Wäßrige Dispersion (U) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, im wesentlichen bestehend aus (A), (B) und Wasser und gegebenenfalls
(C) Nebenprodukte und/oder Begleitsubstanzen
und/oder mindestens eine der Komponenten (D) und (E).
8. Wäßrige Dispersion (U) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, mit einem Trockensubstanzgehalt bestehend aus (A) + (B) + (C) + (D) + (E) im Bereich von 5 bis 70 %, vorteilhaft 10 bis 60 %, vorzugsweise 12 bis 50 %.
9. Verwendung der wäßrigen Dispersionen (U) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 zur Behandlung von Textilmaterial aus wäßriger Flotte.
10. Verwendung nach Anspruch 9, zur Behandlung von synthetischem oder halbsynthetischem Textilmaterial in Form von Kreuzspulen.

ZUSAMMENFASSUNG

Wäßrige Dispersionen (U) enthaltend:

- (A) ein UV-Licht absorbierendes Textilbehandlungsmittel,
 - und (B) ein Dispergiermittelsystem, welches
 - (B_X) einen nicht-ionogenen, polymeren, hydrophilen Dispergator oder ein Gemisch solcher Dispergatoren,
 - und (B_Y) ein nicht-ionogenes oder anionisches, vinylpolymeres, hydrophiles Verdickungsmittel oder ein Gemisch solcher Verdickungsmittel,
- enthält.

und gegebenenfalls mindestens eine der folgenden weiteren Komponenten:

- (B_Z) mindestens ein von (B_X) verschiedenes, nicht-ionogenes oder anionisches Tensid
 - (B_W) mindestens ein von (B_Y) verschiedenes Dispergierhilfsmittel.
 - (C) Nebenprodukte und/oder Begleitsubstanzen
 - (D) mindestens einen Formulierungszusatz
 - und (E) mindestens ein Mittel zur pH-Einstellung,
- sind besonders beständig und eignen sich hervorragend zur UV-aktiven Ausrüstung von Textilmaterial.

THIS PAGE BLANK (USPTO)